## **BEST AVAILABLE COPY**

## **PCT**

## ORGANISATION MONDIALE DE LA PROPRIETE INTELLECTUELLE Bureau international



#### DEMANDE INTERNATIONALE PUBLIEE EN VERTU DU TRAITE DE COOPERATION EN MATIERE DE BREVETS (PCT)

(51) Classification internationale des brevets <sup>5</sup>:

(11) Numéro de publication internationale:

WO 94/21761

C10M 175/00

A1

(43) Date de publication internationale:29 septembre 1994 (29.09.94)

(21) Numéro de la demande internationale:

PCT/FR94/00308

(22) Date de dépôt international:

21 mars 1994 (21.03.94)

(30) Données relatives à la priorité:

93/03275

22 mars 1993 (22.03.93)

FR |

(71) Déposant (pour tous les Etats désignés sauf US): SOCIETE TUNISIENNE DE LUBRIFIANTS-SOTULUB [TN/IN]; 9, rue de la Nouvelle-Delhi, Tunis (TN).

(72) Inventeurs; et

- (75) Inventeurs/Déposants (US seulement): MERCHAOUI, Med, Hedi [TN/IN]; Rue Pakestan, Marsa 2070 (TN). KHALEF, Naceur [TN/IN]; 26, avenue El Hedi Esaidi, Bizerte 7000 (TN). JAAFAR, Abdelhafidh [TN/IN]; Impasse El Amir Abdelkader, Metline 7034 (TN). OUAZZANE, Achour [TN/IN]; 7, impasse Omar Ibn Abi Rabiaa, Ariana Supérieure 2080 (TN). BOUFAHJA, Med, Ali [TN/IN]; 8, rue Sabil, Ras Jabel 7070 (TN). MEZIOU, Salah [TN/FR]; c/o Senda Sahraoui, 215, avenue du Président Salvador-Allende, F-92700 Colombes (FR).
- (74) Mandataire: PHELIP, Bruno; Cabinet Harlé et Phélip, 21, rue de La Rochefoucauld, F-75009 Paris (FR).

(81) Etats désignés: AU, BB, BG, BR, CA, CZ, FI, HU, JP, KP, KR, LK, MG, MN, MW, NO, NZ, PL, RO, RU, SD, SK, UA, US, brevet européen (AT, BE, CH, DE, DK, ES, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE), brevet OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

#### Publiée

Avec rapport de recherche internationale.

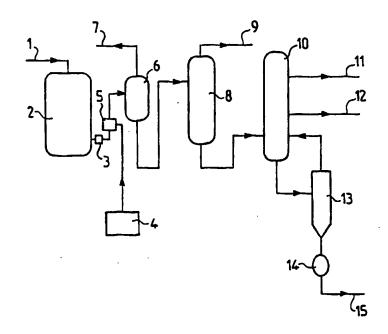
- (54) Title: PROCESS AND PLANT FOR THE REGENERATION OF LUBRICATING OILS
- (54) Titre: PROCEDE ET INSTALLATION DE REGENERATION D'HUILES LUBRIFIANTES

#### (57) Abstract

Process and plant for the regeneration of spent oils comprising: a tank (2) for the storage of spent oils; preheating means (3) for the preheating of spent oils; means (4) for the storage of a strong base; means (5) for mixing the strong base in a predetermined proportion with the spent oils; waste elimination means (10, 14).

#### (57) Abrégé

Procédé et installation de régénération d'huiles usagées comportant: un réservoir (2) de stockage des huiles usagées, des moyens de préchauffage (3) des huiles usagées, des moyens de stockage (4) d'une base forte en une proportion déterminée aux huiles usagées, des moyens d'élimination des déchets (10, 14).



\*

i

## UNIQUEMENT A TITRE D'INFORMATION

Codes utilisés pour identifier les Etats parties au PCT, sur les pages de couverture des brochures publiant des demandes internationales en vertu du PCT.

AT	Autriche	GB	Royaume-Uni	MIR	Mauritanie
ΑÜ	Australie	GE	Géorgie	MW	Malawi
BB	Barbade	GN	Guinée	NE	Niger
BE	Belgique	GR	Grèce	NL	Pays-Bas
BF	Burkina Faso	HU	Hongrie	NO	Norvège
BG	Bulgarie	Œ	Irlande	NZ	Nouvelle-Zélande
BJ	Bénin	IT	Italie	PL	Pologne
BR	Brésil	JP	Japon	PT	Portugal
BY	Bélarus	KE	Kenya	RO	Roumanie
CA	Canada	KG	Kirghizistan	RU	Fédération de Russie
CF	République centrafricaine	KP	République populaire démocratique	SD	Soudan
CG	Congo		de Corée	SE	Suède
CH	Suisse	KR	République de Corée	SI	Slovénie
CI	Côte d'Ivoire	KZ	Kazakhstan	SK	Slovaquie
CM	Cameroun	Li	Liechteustein	SN	Sénégal
CN	Chine	LK	Sri Lanka	TD	Tchad
cs	Tchécoslovaquie	LU	Luxembourg	TG	Togo
CZ	République tchèque	LV	Lettonie	TJ	Tadjikistan
DE	Allemagne	MC	Mogaco	TT	Trinité-et-Tobago
DK	Danemark	MD	République de Moldova	UA	Ukraine
ES	Espagne	MG	Madagascar	US	Etats-Unis d'Amérique
FI	Finlande	MIL	Mali	UZ.	Ouzhekistan
FR	France	MIN	Mongolie	VN	Vict Nam
GA	Gehon		<del>-</del>		

5

10

15

20

25

30

35

Procédé et installation de régénération d'huiles lubrifiantes

L'invention concerne un procédé et une installation de régénération d'huiles lubrifiantes usagées.

Les huiles lubrifiantes subissent généralement des modifications et des altérations lors de leurs utilisations, ce qui implique leur renouvellement plus ou moins fréquent.

L'élimination ou la régénération de ces huiles usagées est jusqu'à présent une source de pollution importante.

Après utilisation, ces huiles contiennent généralement des résidus solides, des additifs dégradés, des résidus de combustion, etc....

Différents procédés de récupération ont été développés jusqu'à présent. Les huiles dégradées sont tout d'abord récupérées et ces huiles d'origines diverses sont quelquefois mélangées à des produits plus ou moins étrangers susceptibles de perturber les procédés de régénération.

Jusqu'à présent les procédés les plus utilisés comportent une étape de traitement des huiles usagées et récupérées par l'acide sulfurique puis leur neutralisation à la chaux et au carbonate de sodium et enfin la décoloration à la terre activée et la filtration.

Ce type de procédé permet la récupération d'une partie des huiles usagées, mais génère des déchets non réutilisables fortement polluants.

Le taux de récupération des installations industrielles mettant en oeuvre ces procédés ne dépasse pas 85% et leur coût de mise en oeuvre est élevé.

On connaît également par ailleurs, d'autres procédés de récupération basés sur l'hydrofinissage de l'huile après traitement thermique et sa distillation sous vide. L'hydrogénation de l'huile est produite par des catalyseurs d'hydrodésulfuration et d'hydrodésazotation.

Au cours de la mise en oeuvre de ces procédés, les catalyseurs sont progressivement épuisés et donnent finalement naissance à des produits non réutilisables fortement polluants.

5

10

15

20

25

30

Par ailleurs, ces procédés sont encore plus coûteux.

L'objectif de la présente invention est donc la mise au point d'un procédé de régénération d'huiles lubrifiantes usagées peu ou non polluant et dont la mise en oeuvre puisse être faite dans de bonnes conditions économiques.

C'est également un but de la présente invention de proposer un procédé de régénération d'huiles usagées permettant un taux de récupération en huile élevé.

A cet effet, l'invention concerne un procédé de régénération d'huiles lubrifiantes usagées dans lequel des huiles lubrifiantes usagées sont soumises aux étapes de traitement successives suivantes:

- a) préchauffage,
- b) adjonction d'une base forte,
- c) extraction des impuretés.

Dans différents modes de réalisation préférés, l'invention comporte les caractéristiques suivantes prises selon toutes leurs combinaisons possibles:

- Avant le préchauffage les huiles usagées sont homogénéisées.
  - Lors de l'étape de préchauffage, les huiles à régénérer sont portées à une température comprise entre 120 et 250°C. Cette température est de préférence comprise entre 140 et 160°C.
  - La base forte est en solution aqueuse.
  - La base forte est ajoutée à raison de 1 à 3% en masse de base pure.
  - Une étape de détente (flash) réalisée après l'adjonction de la base forte et avant l'extraction des impuretés assure la déshydratation et l'extraction des hydrocarbures légers du mélange traité.
  - Avant l'extraction des impuretés, le mélange traité est soumis à une étape d'extraction et de récupération du gasoil (stripping).

PCT/FR94/00308

5

15

25

30

35

- L'élimination des déchets est obtenue par distillation fractionnée sous vide assurant la séparation en huiles de base lubrifiantes, d'une part, et en résidu concentrant toutes les impuretés, d'autre part.
- La colonne de distillation sous vide coopère avec un évaporateur d'épuisement de fond de colonne.
  - L'élimination des déchets est réalisée par centrifugation.
- La base forte est l'hydroxyde de sodium ou de 10 potassium.

L'invention concerne également une installation de régénération d'huiles usagées permettant la mise en oeuvre du procédé mentionné plus haut.

Cette installation comporte:

- un réservoir de stockage des huiles usagées,
- des moyens de mélange et d'homogénéisation des huiles initialement contenues dans le réservoir de stockage,
  - des moyens de préchauffage des huiles usagées,
  - des moyens de stockage d'une base forte,
- 20 des moyens de mélange de la base forte en une proportion déterminée, aux huiles usagées,
  - des moyens d'élimination des déchets.

Dans un mode de réalisation préféré, cette installation comprend également, entre les moyens de mélange de la base forte aux huiles usagées et les moyens d'élimination des déchets, une unité d'extraction de l'eau et des hydrocarbures légers par détente (flash) et une unité d'extraction du gasoil (stripping).

Les moyens d'extraction des impuretés comportent de préférence une unité de distillation associée à un évaporateur d'épuisement de fond de colonne.

Un mode de réalisation de l'invention sera décrit plus en détail en référence à la Figure unique qui est une représentation schématique de l'installation de régénération d'huiles usagées selon l'invention.

5

10

15

20

25

30

35

4

Les huiles usagées collectées peuvent avoir des origines diverses, il peut s'agir par exemple d'huile-moteur, d'huile d'engrenages ou d'huile hydraulique, d'huile turbine, etc....

A l'arrivée de ces huiles à l'unité de régénération, leur aptitude au traitement est vérifiée.

En effet, le procédé de régénération de l'invention vise essentiellement l'élimination des composants légers, tels que l'essence, le gas-oil et l'eau, mais ne permet pas d'éliminer des composants aussi lourds que les huiles elles-mêmes mais ayant des propriétés physiques différentes. Il pourrait s'agir, par exemple, de fuel dont l'élimination ou le traitement ne pourrait être obtenu que par un procédé de raffinage complet.

Une teneur excessive des mélanges apportés en chlore pourrait être susceptible de provoquer une usure prématurée de l'installation.

Des huiles collectées contenant donc un pourcentage trop élevé de fuel, d'acide gras ou de chlore devraient être éliminées. Afin d'évaluer les concentrations en ces différents composés, on pratique les tests bien connus en eux mêmes en usage dans le domaine.

Parmi ceux-ci on peut citer le "Chlor Test" qui permet de détecter la présence des chlorures. Un fil de cuivre trempé dans l'huile usagée est présenté à la flamme. Une flamme verdâtre indique la présence de chlorures.

Le "Drop Test" permet de détecter la présence de fuel. Une goutte d'huile est déposée sur un papier chromatographique. Une tache concentrique avec une auréole jaunâtre indique la présence de fuel.

Le "Fat Test" permet de détecter la présence des acides gras dans les huiles. On chauffe 2 ml d'huile usagée en présence d'une pastille de soude: lorsque l'huile se fige, après refroidissement, cela signifie que des acides gras sont présents.

5

10

15

20

25

30

35

Les huiles usagées collectées 1 ayant subi avec succès ces différents tests sont réunies dans un réservoir 2.

Elles sont alors mélangées soit à l'intérieur même du réservoir, soit lors de leur extraction par des moyens classiques non représentés sur la Figure.

Des moyens de préchauffage 3 portent les huiles prélevées du réservoir 2 à une température comprise entre 120 et 250°C et de préférence entre 140 et 160°C.

Une base stockée par ailleurs dans un réservoir 4 est apportée et mélangée par des moyens 5 aux huiles usagées préchauffées.

De préférence, une quantité de base pure comprise entre 1 et 3% en masse est ajoutée aux huiles usagées.

Ce taux peut être avantageusement précisé en fonction de la qualité des huiles usagées et de la nature de la base utilisée.

La base utilisée est une base forte, de préférence de l'hydroxyde de sodium ou de potassium. On peut également envisager d'utiliser un mélange de ces bases.

Les huiles usagées, portées à une température élevée, additionnées de base forte, alimentent une unité 6 d'extraction de l'eau et des hydrocarbures légers par détente (flash). Dans une telle unité, l'évaporation de l'eau est produite par l'expansion brutale du mélange dans un ballon.

L'eau et les hydrocarbures légers sont extraits et le mélange restant est dirigé vers une unité 8 d'extraction de gas-oil (stripping). Cette élimination est réalisée par distillation dans une colonne.

Le gas-oil 9 est alors évacué et le mélange restant est conduit vers une colonne de distillation 10 permettant le fractionnement du mélange en coupes d'huile de base lubrifiantes et la séparation du résidu où se concentrent toutes les impuretés.

Les huiles de base peuvent être séparées à différents niveaux selon le nombre de coupes recherché.

5

10

15

20

25

30

35

On a obtenu de bons résultats en séparant, d'une part, une huile de base de 150 Neutral 11 et une huile de base de 400 à 500 Neutral 12.

La colonne de distillation 10 est une colonne traditionnelle sous vide qui permet la dissociation et l'extraction des résidus, qui sont dirigés vers un ballon d'accumulation 14.

Les résidus 15 sont alors évacués et sont susceptibles d'être utilisés par exemple comme goudron ou bitume pour la réalisation des routes. Ils peuvent être également utilisés comme combustibles.

La colonne de distillation sous vide 10 est de préférence associée à un évaporateur d'épuisement de fond de colonne 13 permettant d'améliorer son efficacité. Une partie de l'énergie nécessaire à l'élévation de la température des huiles usagées avant l'adjonction de la base pure provient de préférence de la récupération d'énergie effectuée sur les coupes d'huile de base lubrifiantes 11, 12 de la sortie de colonne 10.

Les huiles usagées sont avantageusement filtrées lors de leur récupération et lors de leur sortie du réservoir de stockage 2, de manière à éliminer les particules solides qu'elles peuvent contenir.

Différentes pompes non représentées assurent la circulation du mélange et des produits extraits à travers l'installation décrite.

Le procédé et l'installation de l'invention permettent donc à partir des huiles usagées d'obtenir des huiles de base de qualités diverses réutilisables, des résidus utilisables, de l'eau, des hydrocarbures légers et du gas-oil.

Tous les produits obtenus sont donc réutilisables, c'est la raison pour laquelle ce procédé permet d'éviter les principaux risques de pollution.

Ce procédé permet d'obtenir un taux minimum de récupération de 90%. Ce taux est le rapport en masse des

5

10

15

20

25

30

35

quantités d'huiles récupérées par ce procédé industriel, par rapport à celui des huiles récupérées en laboratoire, dans des conditions optimum indépendantes de toute considération économique.

Dans un mode de réalisation alternatif, l'élimination des déchets est réalisée par un dispositif de centrifugation.

Les deux modes d'élimination des déchets, colonne de distillation et centrifugation peuvent être combinées.

Toutefois, le mode de réalisation préféré met en oeuvre la colonne de distillation sous vide associée à un évaporateur d'épuisement de fond de colonne. Il est ainsi possible d'obtenir un taux de récupération en coupe d'huile de base lubrifiante excellent, de diminuer les coûts d'investissement et d'exploitation par rapport aux autres procédés de régénération connus, d'obtenir des huiles régénérées aussi performantes que les huiles de base neuves et d'éliminer de celles-ci la quasi-totalité des métaux.

De plus, toutes les impuretés sont contenues dans leurs résidus qui, comme déjà indiqué,... sont facilement valorisables.

L'installation de l'invention peut être mise en oeuvre aisément dans les meilleures conditions de fiabilité.

L'exemple chiffré suivant illustre la mise en œuvre de l'invention.

En a), on a indiqué le résultat de la distillation sous vide des huiles usagées en laboratoire en fournissant les composants et leurs caractéristiques précises.

En b), on a représenté le résultat de la distillation obtenu par un procédé antérieur, sans adjonction de base. Ce procédé doit, selon l'art antérieur, être suivi du traitement chimique de finition, par un procédé traditionnel à l'acide et à la terre dont on a indiqué plus haut les inconvénients. Les résultats de ce traitement sont représentés en c).

En d), on a représenté la régénération des huiles selon le procédé industriel revendiqué.

5

10

15

20

25

Dans ces différents tableaux, les produits sont les composants récupérés.

Rdt représente leur rendement (Rapport en masse de la quantité récupérée par rapport à la quantité initiale d'huile usagée à rénégérer).

T.A.N. représente leur acidité (teneur acid number).

VIS 40°C représente leur viscosité à 40°C exprimée en centistocks.

La couleur est exprimée par rapport à des couleurs de référence normalisées. Plus la valeur numérique indiquée est faible, meilleure est la couleur et l'apparence est une indication qualitative.

Ba représente le baryum, Ca le calcium, Pb le plomb, Zn le zinc, P le phosphore, Cr le chrome, Fe le fer et Si le silicium.

La comparaison du tableau c) avec le tableau d) fait ressortir la qualité supérieure des coupes d'huiles de base obtenues selon l'invention. En particulier les teneurs en métaux dans les huiles récupérées sont très inférieures et le rendement est plus important. De plus l'ensemble des coupes est aisément réutilisable.

Les essais moteurs des huiles régénérées selon l'invention ont montré leur équivalence aux huiles neuves. Elles sont plus performantes que celles régénérées par les procédés connus.

Les signes de référence insérés après les caractéristiques techniques mentionnées dans les revendications, ont pour seul but de faciliter la compréhension de ces dernières, et n'en limitent aucunement la portée.

a) Distillation des huiles usagées au laboratoire

PRODUITS	Rdt (%)	T.A.N. (mgKOH/g)	VIS 40°C (Cst)	COULEUR	APPARENCE
Gas-oil	4,06	2,01	2,97	3	
Coupe légère	23,15	0,75	27,05	4	trouble
Coupe lourde	43,30	0,49	74,8	4,5	trouble
Résidu	19,60	ı	1	l	1 ·
Eau + Essence	8,39	1	1	ì	ı
Pertes	1,50	1	I	ı	<b>}</b>

Rendement de la distillation: 66,45%

b) Distillation des huíles usagées à l'usine sans recours au pré-traitement alcalin (Art antérieur)

PRODUITS	Rdt (%)	- 5	T.A.N.	F	VIS 40°C (Cst)		COULEUR	APPARENCE
1.70	66.3		4.70		3,70		ហ	trouble
Coupe légère	12,40		0,10	_	30,57		4, 1	trouble
Coupe lourde	49,95		0,41		75,98		4,5	rrounte
Résidu	20,27		ı		1	-	l	
Eau + Essence	00		ı		1		ı	1
+ Pertes (dist.) Teneur en métaux	46,101							
(en ppm)						_		
	Ва С	g	Pb	uz	<u>P</u> 4	អូ	គ	i,
unt le mande	. <b>.</b> .	692	1138	694	704	zc.	84	77
	,	1	9	₩	8	.<0,5	<0,5	26
conber adag								
Coupe lourde	<b>~ ~ ~ ~ ~ ~ ~ ~ ~ ~</b>	<b>^1</b>	2	<1	<5	<0,5	<0,5	9
Gas-oil	<b>42</b>	<b>1</b>	39	7	101	<0,5	8	327
Résidu	85 4	4901	2529	3469	2570	36	652	228

Rendement de la distillation: 62,35%

APPARENCE Trouble C+B C+B c) Régénération des huiles usagées à l'usine selon le procédé acide/terres Si Ŋ ហ COULEUR <0,5 1,5 3 Fe <0,5 <0,5 CH VIS 40°C (Cst) 3,70 30,04 75,85 **^**5 **5** p, (Art Antérieur) 7 7 T.A.N. (mgKOH/g) 4,70 0,01 0,05 Pb S S Ca 7 7 6,99 11,16 44,05 20,27 10,39 7,14 Rdt (%) 7 Ba 27 Teneur en métaux + Pertes (dist.) Eau + Essence Gas-oil (sans Pertes trait. Coupe lourde Coupe légère Coupe légère Coupe lourde PRODUITS traitement) chimique (eu bbm) (mdd ua) Résidu

Rendement de la régénération: 55,21% Taux de récupération: 83,09% (calculé par rapport à la distillation au laboratoire sans prétraitement)

d) <u>Régénération des huiles à l'usine selon l</u>'invention

	Rdt (%)		T.A.N. (mgKOH/g)	<b>5</b>	VIS 40°C (Cst)		COULEUR	APPARENCE C+B C+B
	49,99 20,44		0,01		84,91		2,5	C+B
	11,39		ı		,		1	1
	Ва	Ca	Pb	uz	ρ <sub>ι</sub>	<b>5</b>	ត	Si
l	<b>42</b>	₽	<2	<1	<5	<0,5	<0,5	3
1	<b>&lt;</b> 2	<b>&lt;1</b>	<2	<1	<5	<0,5	<0,5	3
ľ	<b>42</b>	<1	9	<1	95	<0,5	-	122
1	132	7624	2788	3500	2644	40	664	279
ı								

Rendement de la régénération: 62,76% Taux de récupération: 94,45% (calculé par rapport à la distillation au laboratoire sans prétraitement)

PCT/FR94/00308

5

10

15

#### REVENDICATIONS

- 1. Procédé de régénération d'huiles lubrifiantes usagées dans lequel les huiles lubrifiantes usagées sont soumises aux étapes de traitements successives suivantes:
- a) préchauffage dans lequel les huiles à régénérer sont portées à une température comprise entre 120 et 250°C,
- b) adjonction d'une base forte en solution aqueuse en raison de l à 3% en masse de base pure,
  - c) extraction des impuretés.
- 2. Procédé de régénération d'huiles lubrifiantes usagées selon l'une quelconque des revendications l à 4, caractérisé en ce qu'on effectue une étape de détente (flash) après l'adjonction de la base forte et avant l'extraction des impuretés, assurant ainsi la déshydratation et l'extraction des hydrocarbures légers du mélange traité.
  - 3. Procédé de régénération d'huiles lubrifiantes usagées selon la revendication 2, caractérisé en ce que, avant l'extraction des impuretés, le mélange traité est soumis à une étape d'extraction et de récupération de gas-oil (stripping).
- 4. Procédé de régénération d'huiles lubrifiantes usagées selon l'une quelconque des revendications l à 3, caractérisé en ce que l'élimination des déchets est obtenue par distillation fractionnée sous vide assurant la séparation en huiles de base lubrifiantes, d'une part, et, en un résidu concentrant toutes les impuretés, d'autre part.
  - 5. Procédé de régénération d'huiles lubrifiantes usagées selon la revendication 6, caractérisé en ce que la colonne de distillation sous vide coopère avec un évaporateur d'épuisement de fond de colonne.
- 6. Procédé de régénération d'huiles lubrifiantes usagées selon l'une quelconque des revendications l à 3, caractérisé en ce que l'élimination des déchets est réalisée par centrifugation.
- 7. Procédé de régénération d'huiles lubrifiantes 35 usagées selon l'une quelconque des revendications l à 6,

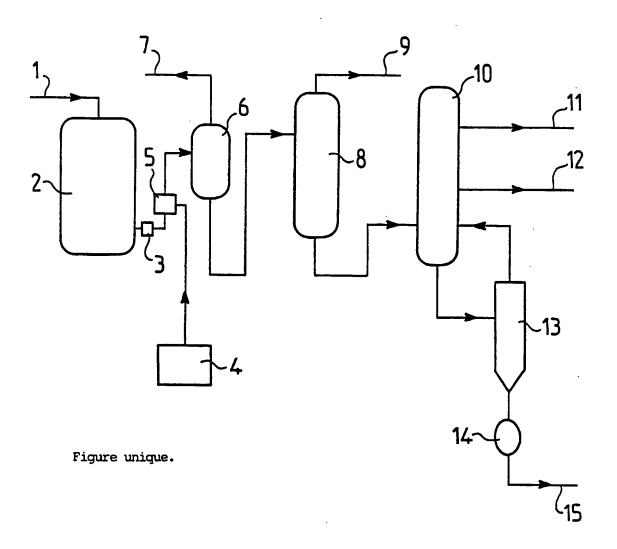
5

10

15

caractérisé en ce que la base forte est de l'hydroxyde de sodium et/ou de potassium.

- 8. Installation de régénération d'huiles usagées comportant:
  - un réservoir (2) de stockage des huiles usagées,
  - des moyens de préchauffage (3) des huiles usagées,
  - des moyens de stockage (4) d'une base forte,
- des moyens de mélange (5) de la base forte en une proportion déterminée aux huiles usagées,
  - des moyens d'élimination des déchets (10, 14).
- 9. Installation de régénération d'huiles usagées selon la revendication 8, caractérisée en ce qu'elle comprend entre les moyens de mélange (5) de la base forte aux huiles usagées et les moyens d'élimination des déchets (10, 13, 14), une unité d'extraction de l'eau par détente (6) (flash) et une unité d'extraction du gas-oil (8) (stripping) et que les moyens d'extraction des impuretés (10, 13, 14) comportent une unité de distillation sous vide (10) associée à un évaporateur (13) d'épuisement de fond de colonne.



## INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Inter. mal Application No PCT/FR 94/00308

A. CLASS	SIFICATION OF SUBJECT MATTER C10M175/00		
According	to International Patent Classification (IPC) or to both national	classification and IPC	
	DS SEARCHED		
Minimum IPC 5	documentation searched (classification system followed by clas	sification symbols)	
Documenta	ation searched other than minimum documentation to the extent	that such documents are included in the fields	searched
Electronic	data base consulted during the international search (name of da	ta base and, where practical, search terms used	)
C. DOCU	MENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category *	Citation of document, with indication, where appropriate, of	the relevant passages	Relevant to claim No.
X	GB,A,2 022 131 (DEUTSCHE GOLD SCHEIDEANSTALT) 12 December 1 see page 2, line 30 - line 34 see page 3, line 17 - line 20;	979	1,4,7
A	EP,A,O 030 805 (AMSTED INDUSTR INCORPORATED) 24 June 1981 see claims 1,2,5-8	PIES	1,7
A	GB,A,243 666 (THE SHARPLESS SP COMPANY) 21 October 1926 see page 2, line 50 - line 54 see page 2, line 115 - line 12 1,12		1,6-8
A	US,A,1 919 655 (W.G HOFFMAN) 2 see page 2, line 64; claim 1	5 July 1933	1
		-/	
X Furt	ther documents are listed in the continuation of box C.	Patent family members are listed	in annex.
	alegories of cited documents:	"T" later document published after the in- or priority date and not in conflict w	ith the application but
'E' carlier filing	dered to be of particular relevance document but published on or after the international date	cited to understand the principle or t invention  "X" document of particular relevance; the cannot be considered novel or canno	claimed invention t be considered to
which citatio	nent which may throw doubts on priority claim(s) or is cited to establish the publication date of another on or other special reason (as specified) nent referring to an oral disclosure, use, exhibition or	involve an inventive step when the d "Y" document of particular relevance; the cannot be considered to involve an is document is combined with one or in	e claimed invention nventive step when the nore other such docu-
other "P" docum	means nent published prior to the international filing date but than the priority date claimed	ments, such combination being obvious in the art.  *& document member of the same palen	ous to a person skilled
Date of the	actual completion of the international search	Date of mailing of the international s	earch report
2	28 June 1994	1 2, 07, 94	
Name and	mailing address of the ISA  European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2  NL - 2280 HV Rijswijk	Authorized officer	
	Tcl. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo ni, Fax: (+31-70) 340-3016	Hilgenga, K	

` 1

#### INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Inter. .mal Application No
PCT/FR 94/00308

C.(Continuat	on) DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT	•
Category *	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	US,A,1 698 257 (G.L. CHERRY) 8 January 1929 see claim 2	1,6
	US,A,3 791 965 (O. FITZSIMONS) 12 February 1974 see claims 1,4,6	2-5
	US,A,3 565 791 (K. URQUHART) 23 February 1971 see column 1, line 26 - line 60	2-4
	•	
	·	

#### INTERNATIONAL SEARCH REPORT

information on patent family members

Inter. mal Application No
PCT/FR 94/00308

Patent document cited in search report	Publication date		t family iber(s)	Publication date
GB-A-2022131	12-12-79	DE-A- AU-A- FR-A- JP-A- SE-A- US-A-	2818521 4445079 2424314 54142206 7903696 4252637	08-11-79 01-11-79 23-11-79 06-11-79 28-10-79 24-02-81
EP-A-0030805	24-06-81	US-A- CA-A- JP-A-	4256578 1140066 56079196	17-03-81 25-01-83 29-06-81
GB-A-243666		NONE		
US-A-1919655		NONE		
US-A-1698257		NONE		
US-A-3791965	12-02-74	BE-A-	797818	05-10-73
US-A-3565791	23-02-71	NONE		

#### RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Dem Internationale No

PCT/FR 94/00308 A. CLASSEMENT DE L'OBJET DE LA DEMANDE CIB 5 C10M175/00 Selon la classification internationale des brevets (CIB) ou à la fois selon la classification nationale et la CIB B. DOMAINES SUR LESQUELS LA RECHERCHE A PORTE Documentation minimale consultée (système de classification suivi des symboles de classement) CIB 5 C10M Documentation consultée autre que la documentation minimale dans la mesure où ces documents relèvent des domaines sur lesquels a porté la recherche Base de données électronique consultée au cours de la recherche internationale (nom de la base de données, et si cela est réalisable, termes de recherche C. DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS Identification des documents cités, avec, le cas échéant, l'indication des passages pertinents no, des revendications visées 1,4,7 GB,A,2 022 131 (DEUTSCHE GOLD UND SILBER SCHEIDEANSTALT) 12 Décembre 1979 voir page 2, ligne 30 - ligne 34 voir page 3, ligne 17 - ligne 20; revendications 1,2 EP,A,O 030 805 (AMSTED INDUSTRIES 1,7 A INCORPORATED) 24 Juin 1981 voir revendications 1,2,5-8 A GB,A,243 666 (THE SHARPLESS SPECIALTY 1,6-8 COMPANY) 21 Octobre 1926 voir page 2, ligne 50 - ligne 54 voir page 2, ligne 115 - ligne 120; revendications 1,12 X Les documents de familles de brevets sont indiqués en annexe X Voir la suite du cadre C pour la fin de la liste des documents Catégories spéciales de documents cités: document ultérieur publié après la date de dépôt international ou la date de prionté et n'appartenenant pas à l'état de la technique perunent, mais cité pour comprendre le principe ou la théorie constituant la base de l'invention document définissant l'état général de la technique, non considéré comme particulièrement pertinent "E" document antèrieur, mais publié à la date de dépôt international "X" document particulièrement pertinent; l'invention revendiquée ne peut être considèrée comme nouvelle ou comme impliquant une activité ou après cette date "I." document pouvant jeter un doute sur une revendication de inventive par rapport au document considéré isolément priorité ou cité pour déterminer la date de publication d'une autre citation ou pour une raison spéciale (telle qu'indiquée) "Y" document particulièrement pertinent, l'invention revendiquée ne peut être considèrée comme impliquant une activité inventive 'O' document se référant à une divulgation orale, à un usage, à une exposition ou tous autres moyens lorsque le document est associé à un ou plusieurs autres documents de même nature, cette combinaison étant évidente pour une personne du métici P' document publié avant la date de dépôt international, mais postérieurement à la date de priorité revendiquée "&" document qui fait partie de la même famille de brevets Date d'expédition du présent rapport de recherche internationale Date à laquelle la recherche internationale a été effectivement achevée 28 Juin 1994 1 2. 07. 94 Fonctionnaire autorisé Nom et adresse postale de l'administration chargée de la recherche internationale Office Européen des Brevets, P.B. 5818 Patentlaan 2 NI. - 2280 HV Ripswijk Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl, Hilgenga, K

Formulaire PCT/ISA/210 (deuxième feuille) (juillet 1992)

Fax: (+31-70) 340-3016

` 1

## RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Dem. . Internationale No PCT/FR 94/00308

		PCI/FR 94	
C.(suite) D Catégorie	OCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS  Identification des documents cités, avec, le cas échéant, l'indication des passages pertine	nts	no. des revendications vistes
CERROLLE	including and accurrents close area, to an entering a minute so that personal area personal and personal area.		
A	US,A,1 919 655 (W.G HOFFMAN) 25 Juillet 1933 voir page 2, ligne 64; revendication 1		1
A	US,A,1 698 257 (G.L. CHERRY) 8 Janvier 1929 voir revendication 2		1,6
١	US,A,3 791 965 (O. FITZSIMONS) 12 Février 1974 voir revendications 1,4,6		2-5
<b>A</b>	US,A,3 565 791 (K. URQUHART) 23 Février 1971 voir colonne 1, ligne 26 - ligne 60		2-4
	·		

## RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Renseignements relatifs aux membres de familles de brevets

Dem. Internationale No PCT/FR 94/00308

Document brevet cité au rapport de recherche	Date de publication	Membre famille de		Date de publication
GB-A-2022131	12-12-79	DE-A- AU-A- FR-A- JP-A- SE-A- US-A-	2818521 4445079 2424314 54142206	08-11-79 01-11-79 23-11-79 06-11-79 28-10-79 24-02-81
EP-A-0030805	24-06-81	US-A- CA-A- JP-A-	4256578 1140066 56079196	17-03-81 25-01-83 29-06-81
GB-A-243666		AUCUN		
US-A-1919655		AUCUN		
US-A-1698257		AUCUN		
US-A-3791965	12-02-74	BE-A-	797818	05-10-73
US-A-3565791	23-02-71	AUCUN		

# This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning Operations and is not part of the Official Record

## **BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

☐ BLACK BORDERS
☐ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
TADED TEXT OR DRAWING
☐ BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING
☐ SKEWED/SLANTED IMAGES
☐ COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS
☐ GRAY SCALE DOCUMENTS
LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT
☐ REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY
OTHER.

## IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.